

Aus dem Institut für Rechtsmedizin
der Universität Erlangen-Nürnberg
Direktor: Professor Dr. Dr. E. Weinig

**Untersuchungen
zur Identifizierung von einzelnen Textilfasern
aus Kunststoff durch Infrarotspektrophotometrie**

Inaugural-Dissertation
zur Erlangung der Doktorwürde
der Hohen Medizinischen Fakultät
der Friedrich-Alexander-Universität
Erlangen-Nürnberg

vorgelegt
von
Monika Driver
aus
Leipzig

1970

D 29

Gedruckt mit Erlaubnis der Medizinischen Fakultät
der Universität Erlangen - Nürnberg



Dekan	: Professor Dr. H. Valentin
Referent	: Dr. G. Schaidt
Coreferent	: Professor Dr. Dr. E. Weinig
Tag der mündl. Prüfung : 23.7.1970	

Aus dem Institut für Rechtsmedizin der Universität Erlangen-Nürnberg

(Direktor: Prof. Dr. Dr. E. Weinig)

Untersuchungen zur Identifizierung von einzelnen Textilfasern aus Kunststoff durch Infrarotspektrophotometrie

Von

Dr. med. **Gerd Schaidt** und **Monika Driver**, Erlangen

(Mit 12 Abbildungen und 1 Tabelle)

Seit der Einführung der Klebestreifen-Methode zur Sicherung von Mikrospuren durch **Frei-Sulzer** hat der Indizienbeweis auf Grund kleinster Fragmente eine zunehmende Bedeutung erlangt. Die Mikrospurentechnik, das Erfassen und die Auswertung kleinster, dem bloßen Auge oft nicht sichtbarer Materialteilchen, ist zu einem festen Begriff in der Kriminalistik geworden. So werden für die Beweisführung bei Kriminalfällen in steigendem Maße auch Textilfaserspuren herangezogen.

Die Auswertung der textilen Mikrospuren muß auf breiter Basis erfolgen. Hierbei ist der Nachweis der Übereinstimmung von Tat- und Vergleichsfasern in möglichst vielen Detailsigenschaften anzustreben, da der Beweiswert des Untersuchungsergebnisses mit der Zahl der geprüften, voneinander unabhängigen Eigenschaften ansteigt.

Ein besonderes Problem brachte die Entwicklung und der zunehmende Gebrauch von Kunstfasern in den letzten 20 Jahren. Durch die Untersuchung mit den für Textilfasern tierischer und pflanzlicher Herkunft üblichen physikalischen und auch chemischen Methoden konnte, insbesondere bei nur kleinen Proben, eine Identifizierung nicht immer herbeigeführt werden.

So war das Ziel der vorliegenden Arbeit, eine Methode zu entwickeln, die es erlaubt:

1. an einzelnen Fasern oder mehreren Faserfragmenten Untersuchungen auszuführen,

2. dieses Material nicht zu zerstören, sondern für weitere Nachweisverfahren (z. B. Lösungsversuche) zu erhalten,
3. die Befunde dokumentarisch festzuhalten.

Diese Ziele erschienen durch die infrarotphotometrische Untersuchung der Fasern erreichbar.

In der amerikanischen Literatur sind bereits verschiedene Methoden beschrieben worden, um Filme aus thermoplastischen Textilfasern herzustellen, die für infrarotspektroskopische Untersuchungen geeignet sind.

Coakley und Berry stellen die Filme mit Hilfe zweier flacher, polierter Chrom-Nickel-Stahl-Platten her. Diese haben einen Durchmesser von 3,5 cm und eine Höhe von 2,4 cm. Stoffproben von 1,5 cm² und einer Dicke von 0,2 cm werden auf die polierte Seite der einen Platte gelegt. Beide Platten werden erhitzt und, wenn das Material zu schmelzen beginnt, aufeinandergelegt. Für einige Sekunden bis Minuten werden sie mit einer Kraft von 15 000 Pfund gepreßt und kühlen dabei ab. Die Spektren werden mit einem Perkin-Elmer-Doppelstrahl-Spektrophotometer Modell 21 gewonnen, das mit Natriumchlorid-Optiken ausgerüstet ist.

Die Spektren von Nylon 6, Nylon 66, Nylon 11, Nylon 610, Acryloid und Styrene-acrylonitrile-copolymer wurden von den Autoren in einem Bereich von 2,5 μ bis 15 μ aufgezeichnet.

In ähnlicher Weise geht auch Fagot vor, der das zu pressende Material zwischen Aluminiumfolien bringt und nach Abkühlung den entstandenen Film infrarotphotometrisch untersucht.

Fox und Schuetzman beschreiben ein anderes Verfahren: Das aus 4 bis 8 Faserbündeln bestehende Fasermaterial wird in 1,0 bis 1,5 cm lange Stücke geteilt und mit diesen ein Preßling hergestellt. Mit Hilfe eines Stempels wird eine dünne KBr-Schicht in einer Form mechanisch vorgepreßt, das Fasermaterial fein darauf verteilt und erneut KBr aufgepreßt. Die Preßform wird ca. 15 Minuten lang an eine Vakuumpumpe angeschlossen. Nach den ersten 5 Minuten, in welchen ohne Druck evakuiert wird, beträgt der Preßdruck 200 p. Der Preßling wird im Perkin-Elmer-137-Infrarot-Spektrophotometer gemessen. Die Spektren von Nylon, Kodel, Dacron, Polyäthylen, Teflon, Creslau, Orlon, Acetat-Rayon, Viskose-Rayon und Acele wurden in dieser Veröffentlichung in dem Bereich zwischen 2,5 μ und 15 μ aufgezeichnet.

Vorversuche

Unter Verwendung von 5—6 Faserstückchen von 2 cm Länge sollten Vergleichsspektren hergestellt werden, die für die Untersuchungen mit weniger Material enthaltenden Proben als Kontrollen geeignet waren.

Hierbei wurde zunächst auf mechanische Bearbeitung der Fasern verzichtet. Bei weiteren Versuchen erfolgten physikalische Veränderungen durch Erwärmung.

Auf die bekannten Möglichkeiten, Filme des Fasermaterials durch Lösung herzustellen, wurde bewußt verzichtet, da die Untersuchung der Fasern mittels einer Lösungsmittelreihe bei kleinen Proben eventuell zum Verlust des Materials führen könnte, was die Infrarotuntersuchungen vereiteln würde.

Entsprechend der üblichen Methodik für die Anfertigung von KBr-Preßlingen wurden die Faserproben mit KBr vermischt und gepreßt. Die hierbei entstandenen Preßlinge waren zur Untersuchung nicht geeignet, da, offenbar wegen der zu geringen gleichmäßigen Verteilung, keine ausgeprägten Kurven registriert werden konnten.

Die Fasern wurden nunmehr, nach vorheriger Zerkleinerung mit einer Schere, mit Mörser und Pistill zerrieben und das Material in dieser Form im Preßling verarbeitet. Hierbei ergaben sich zwar Spektren, die Peaks waren jedoch nicht sehr ausgeprägt.

Bessere Spektren resultierten, als das fein verriebene Fasermaterial zwischen zwei KBr-Schichten gepreßt wurde. Da jedoch auch bei dieser Methode keine ganz gleichmäßige Faserverteilung möglich war, lag der Materialverbrauch recht hoch.

Aus diesem Grunde wurden Versuche unternommen, das Material zwischen zwei vorbereiteten Preßlingen nach Erwärmen zu verteilen. Dieses Verfahren führte zu einwandfreien Kurven, es zeigte sich jedoch, daß bei Verringerung der Faser- menge zu wenig ausgeprägte Spektren resultierten.

Daraufhin wurde das Fasermaterial zwischen zwei Zinnfolien unter Druck erhitzt. Die Beschaffenheit des so entstandenen Faserfilms war für die IR-spektroskopische Untersuchung nicht geeignet.

Preßlinge, auf welche das Fasermaterial unter einer Zinnfolie aufgebügelt worden war, ergaben gut ausgeprägte Peaks. Auch bei dieser Methode fiel jedoch bei Verringerung des Fasermaterials die Bandenintensität der Spektren stark ab.

Das Fasermaterial wurde nunmehr direkt auf einen KBr-Preßling geschmolzen und mit einem Spatel verstrichen. Mit Ausnahme von wenigen Fasern, wie zum Beispiel Orlon, die weniger gut zu verstreichen waren, konnte so eine recht gleichmäßige Materialverteilung erreicht werden. Auch bei kleineren Proben waren die Spektren noch gut zur Identifizierung geeignet. Der Versuch, eine einzelne Faser auf diese Weise zu untersuchen, scheiterte jedoch an der zu geringen Faserfilmstärke.

Um die Materialschichtdicke bei gleichbleibend kleiner Materialmenge zu erhöhen, wurde die Streichfläche des Preßlings auf $0,1 \times 0,4$ cm reduziert. Mit einer einzelnen Faser war jedoch auch so kein klares Spektrum zu bekommen. Erst als bei der Aufzeichnung des Spektrums ein Beckmann-Mikrokondensor in den Strahlengang eingeschaltet wurde, war eine einzelne Faser zur Identifizierung ausreichend.

Eigenes Verfahren

Die Herstellung der Preßlinge erfolgte mit 500 mg KBr auf übliche Art. Auf den klaren Preßling wurde die zu untersuchende Faser aufgelegt und das Präparat auf dem Kofler-Heiztischmikroskop erwärmt. Die stufenlos regelbare Heizung ließ eine maximale Temperatur von knapp 350°C zu. Da mit offenem Objektisch gearbeitet werden mußte, wurden wegen des dadurch eintretenden Temperaturverlustes im wesentlichen Fasern untersucht, deren Schmelzpunkt nicht über 300°C lag. Eine Ausnahme bildeten Fasern von Orlon und Dralon, deren Schmelzpunkt in der Literatur mit über 360°C angegeben ist, die sich jedoch im Temperaturbereich von 300°C bereits austreichen ließen.

Bei langsamer Temperaturerhöhung wurden die Faserenden mikroskopisch beobachtet, da an diesen der Schmelzfluß begann. Sobald die Temperatur etwa $5\text{--}10^{\circ}\text{C}$ über diesem Punkt lag, wurde die Faser auf den Preßling mit einem angewärmten Metallspachtel über eine Fläche von etwa $0,1 \times 0,4$ cm möglichst gleichmäßig verstrichen. Durch die Erwärmung trat eine leichte, manchmal auch stärkere Trübung des Preßlings ein.

Zur Untersuchung diente ein Beckman-Infrarotspektrophotometer, Modell I R 8 mit Mikrocondensor. Die Aufzeichnung erfolgte in dem Bereich zwischen den Wellenzahlen 2000 und 600 cm^{-1} .

Untersuchte Fasern

(Die in Klammern gesetzten Zahlen bezeichnen die Nummern der Abbildungen)

Polyester: Terylen, Dacron, Kodel, Diolen, Trevira, Lanon,
Tetoron (1)

Polyamid 6: Perlon (2)

Polyamid 6,6: Nylon (3)

Polyäthylen: Courlene (4)

Polypropylen: Meraklon (5)

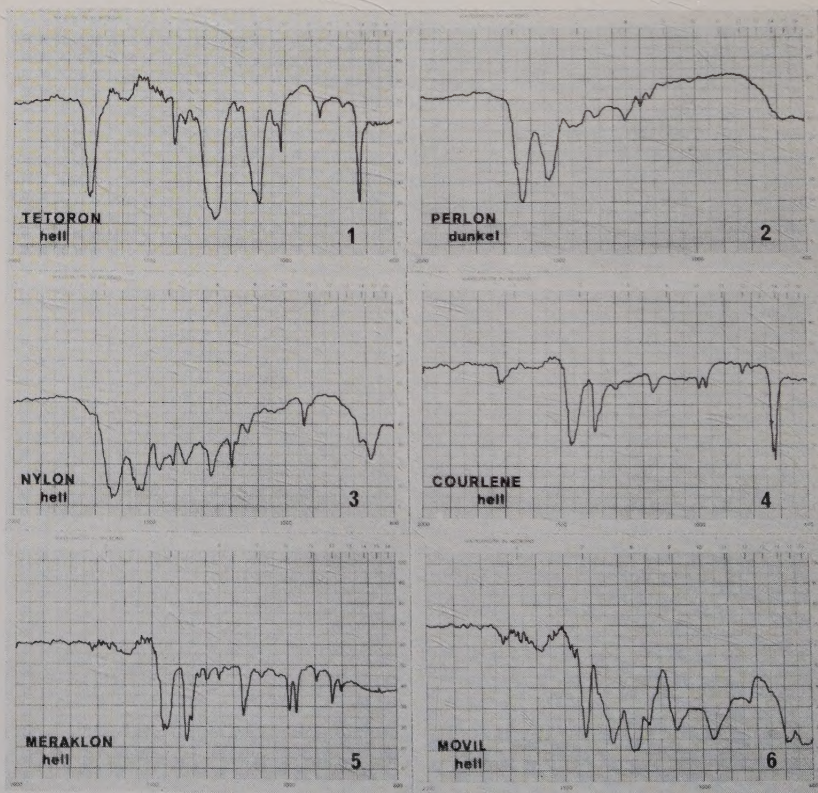


Abb. 1 bis 6

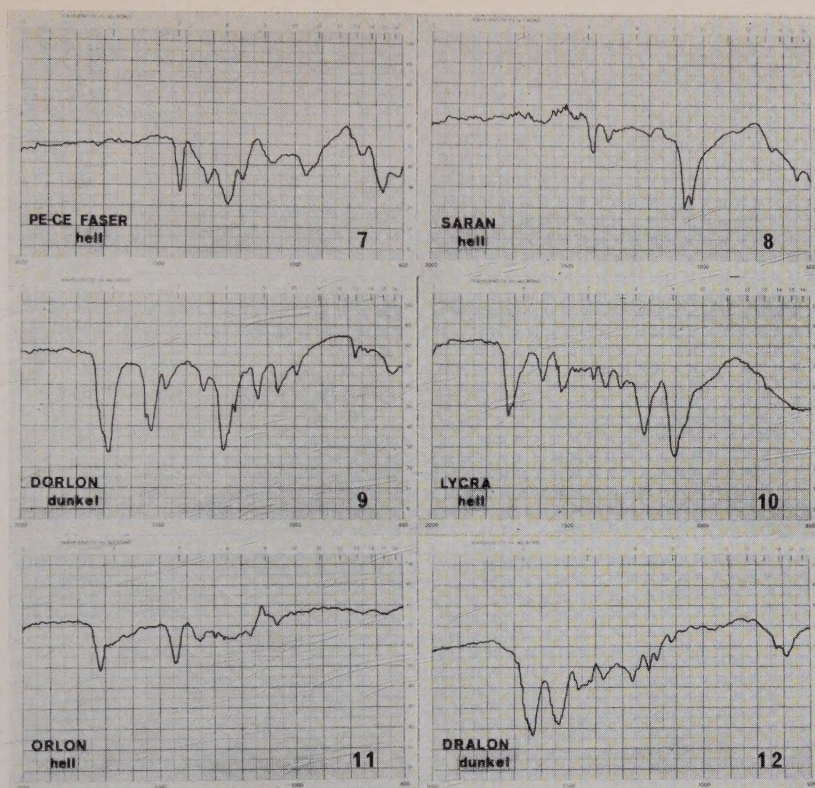


Abb. 7 bis 12

Polyvinylchlorid: Movil (6), Rhovyl, PVC-Borste

Polyvinylchlorid nachchloriert: Pe-Ce-Faser (7)

Polyvinylidenchlorid: Saran (8)

Polyurethan: Dorlonborste (9), Lycra (10)

Polyvinylcyanid: Orlon (11), Dralon (12)

Versuchsergebnisse

Tabelle 1 zeigt, daß die Polyesterfasern eindeutig von den Fasern anderer Gruppen unterschieden werden können. Kodel kann unter den anderen Polyesterfasern durch seinen Verlauf zwischen den Wellenzahlen 1600 und 1300 erkannt werden. Diese Faser hat durch spezielle Bindungen auch einen anderen Schmelzpunkt, nämlich 290—295° C gegenüber dem S.P. von 256° C der anderen Fasern dieser Gruppe.

Tabelle I

Hauptpeaks
(Wellenzahlen)

Stoffklassen	Handelsnamen					
Polyester	Dacron					
	Dialen					
	Kodel					
	Ianon	1720	1405	1260	1095/15	870 725
	Terylen					
Polyamide	Tetoron					
	Trevira					
Polyamide	Perlon	1630	1535	1260		685
	Nylon	1630	1535	1365 1275/00	930	
Polyäthilen	Courlene	1720/10	1460	1375		720
Polypropylen	Meraklon					
			1450/60	1375	1165	995/70 840
Polyvinylchlorid	Movil					
	P.V.C. Rhovyl		1425	1330	1250	830 685
nachchlor. P.V.C.	Pe Ge W.		1420	1249	1080	960 675
Polyvinylidenchlorid	Saran		1410	1350	1205	1070/50
Polyurethan	Dorlon	1690/80	1530		1260 1135	1060
	Lyora	1725	1525/95		1220 1110	
Polyvinylpyranid	Dralon	1625	1540	1370	1260/00	1170/15
	Orlon	1725		1440 1360		1070 685

Die Infrarot-Spektren der Polyamide Nylon und Perlon zeigen, daß durch IR-Spektrophotometrie auch eine Unterscheidung sehr ähnlicher Fasern möglich ist. Die Banden bei 1630, 1535 und 1265 sind beiden Spektren gemeinsam. Nylon hat zusätzlich starke Banden bei 930 und 685.

Die Polyäthylenfaser Courlene wie auch die Polypropylenfaser Meraklon haben starke Absorptionsbanden bei 1455 und 1375. Eine starke Bande bei 725 ist für Courlene kennzeichnend.

Die Polyvinylchloride Movil, Rhovyl und die PVC-Faser zeichnen sich gemeinsam durch ihre zahlreichen, aber nicht sehr ausgeprägten Banden bei 1425, 1330, 1250, 1200, 1095, 760 und 690 aus. Die nachchlorierte Pe-Ce-Faser hat zwischen 1400 und 800 in etwa den gleichen Spektrenverlauf.

Charakteristisch ist das bandenreiche Spektrum der Polyvinylidenchloridfaser Saran. Die stärksten Banden liegen bei 1410, 1350, 1205, 1070 und 1050.

Die Polyurethanborste Dorlon und der gummiartige Polyurethanfaden Lycra geben sehr unterschiedliche Spektren. Dorlon hat seine stärksten Banden bei 1680, 1530 und 1260; Lycra bei 1725, 1595, 1220 und 1110.

Die Polyacrylnitrilfasern Orlon und Dralon zeigen weniger ausgeprägten Spektren, sie sind jedoch gut voneinander zu unterscheiden.

Diskussion

Im Vergleich zu den von Coakley, Berry und Fox, Schuetzman sowie Fagot veröffentlichten Methoden zur Herstellung von Infrarotspektren ist das hier beschriebene Verfahren materialsparender. Bereits eine Einzelfaser liefert Banden, die eine eindeutige Identifizierung zulassen. Ein Vergleich mit den von den genannten Autoren publizierten Kurven zeigt Übereinstimmung in allen charakteristischen Peaks. Die Färbung der Fasern ist auf den Kurvenverlauf ohne Einfluß. Er richtet sich nur nach dem chemischen Aufbau des untersuchten Materials. Die mit dieser Methode gewonnenen Spektren sind reproduzierbar und für die einzelnen Fasersorten spezifisch.

Die Herstellung der Preßlinge ist einfach und erfordert keine Vorkenntnisse. Außer der üblichen Laboratoriumsausrüstung für die Herstellung von KBr-Preßlingen und einem Heitztschmikroskop werden keine weiteren Geräte benötigt. Die Methode kann mit anderen Nachweisuntersuchungen kombiniert werden. Das auf den Preßling aufgeschmolzene Material ist für weitere Nachweise nicht verloren. Chemisch-analytische Versuche, wie zum Beispiel Lösungsversuche, können angeschlossen werden.

Dies dürfte eine besondere Bedeutung für den Analytiker haben, dem nur geringe Fasermengen oder gar Spuren zur Verfügung stehen. Auch die Festlegung des Schmelzpunktes, die sich automatisch bei der Herstellung der Preßlinge ergibt, kann selbst schon als Identifizierungsmerkmal gelten.

Zusammenfassung

Es wird eine Methode beschrieben mit der es gelingt, Einzelfasern aus Kunststoffen zu identifizieren. Der Anwendungsbereich des Verfahrens erstreckt sich auf thermoplastische Chemiefasern. Die zu untersuchenden Fasern werden auf einen KBr-Preßling aufgeschmolzen und verstrichen, die Spektren des Materials infrarot-spektrophotometrisch gemessen und aufgezeichnet. Die erhaltenen Spektrogramme sind den einzelnen Stoffklassen zuzuordnen und reproduzierbar.

Diese Methode kann somit für sich allein oder auch in Verbindung mit anderen Untersuchungsverfahren zur Identifizierung von Textilfasern aus thermoplastischem Material herangezogen werden.

Literatur

- Amsler, H.: Die Mikro-Spektralphotometrie, ein wichtiges Hilfsmittel für den Farbvergleich kleinster corpora delicti. Arch. f. Krim. **124**, 85 (1959).
- Berg, Steffen: Neue Technik der Querschnittsuntersuchung von Haaren und Fasern. Arch. f. Krim. **120**, 98 (1957).
- Berg, Steffen: Untersuchungen zum Beweiswert von Textilfaser-Mikrospuren. Arch. f. Krim. **127**, 97 (1961).
- Bergh, A. K.: Einige Aspekte der Identifizierung von synthetischen Fasern. Intern. krim. Revue **91**, 246 (1955).
- Coakley, J. E., und H. H. Berry: Pressed-Film Technique for obtaining Infrared Spectra of Thermoplastic Materials. Applied Spectroscopy **20**, 418 (1966).
- Driesch, Hans: Welche Chemiefaser ist das? Franckh'sche Verlagshandlung Stuttgart (1962).
- Fagot, C. C.: Infrared Identification of Synthetic Thermoplastic Fibers and Resins. Applied Spectroscopy **19**, 30 (1965).
- Fox, Richard H., und Herbert J. Schuetzman: The Infrared Identification of Microscopic Samples of Man-made Fibres. J. Forens. Sci. **13**, 397 (1968).
- Frei-Sulzer, M.: Die Methoden des Faservergleichs in der Kriminalistik. Kriminalistik **17**, 197 (1963).
- Grant, J.: The Identification of Fibres. J. Forens. Sci. **2**, 103 (1962).
- Jörg, Fritz: Die Schmelzpunktbestimmung von Chemiefaserstoffen —, eine methodische Ergänzung zur Faseranalyse. Leitz-Mitt. Wiss. u. Techn. **IV**, 13—18 (1967).
- Koch, Paul-August, und Maria Stratmann: Verfahren zur Erkennung und Unterscheidung von Chemiefaserstoffen. Westdeutscher Verlag Köln und Opladen (1964).
- Loske, Theodore: Methoden der Textil-Mikroskopie. Kosmos Franckh'sche Verlagshandlung Stuttgart (1964).

Martin, E.: Eine Arbeitsmethode zur Untersuchung und Vergleichung gefärbter Textilfasern. Intern. krim. Revue **108**, 137 (1957).

Schlunegger, U. P.: Präparation von Querschnitten kleiner Einzelfasern zur mikroskopischen Untersuchung. Kriminalistik **19**, 78 (1965).

Anschrift der Verfasser:

Dr. med. Gerd Schaidt und Monika Driver, Institut
für Rechtsmedizin der Universität Erlangen-Nürnberg,
8520 Erlangen, Universitätsstraße 22

Lebenslauf

Am 20. November 1944 wurde ich als Tochter des Rechtsanwalts Bernard Driver und dessen Ehefrau Dagmar geb. Ringk in Leipzig geboren. 1951 wurde ich in Leipzig eingeschult. Noch im gleichen Jahr verzogen wir nach Darmstadt, wo ich bis zu unserem Umzug nach Stuttgart im Jahr 1953 die Volksschule besuchte. 1955 verlegten wir unseren Hauptsitz nach Wiesbaden wo ich in den neusprachlichen Zweig der Elly-Heuss-Schule eintrat. Ab 1959 besuchte ich das Internat in Salem am Bodensee. Dort bestand ich im naturwissenschaftlichen Zweig im März 1965 die Reifeprüfung. Seit dem Sommersemester 1965 war ich an der Universität Erlangen-Nürnberg für Zahnmedizin eingeschrieben, und bestand im Juli 1970 die zahnärztliche Prüfung.

